



リサイクル分取HPLC
LaboACE LC-5060

GPCカラムによる立体異性体の分離 3

Keyword:

GPCカラム、SECカラム、サイズ排除分離、リサイクル分取

緒言

立体異性体を分離するには、それらの分離を目的とした専用カラムを選択する必要がある。特に光学異性体を分離する場合には、専用カラムとリサイクル分析法が用いられているケースが多い。

これらの専用カラムの最大の難点は、試料処理量が少ないことである。内径 20 mm のカラムでもせいぜい 1 ~ 2 mg しか注入できない。

GPC カラムでは光学異性体を分離することは不可能であるが、シーストランス異性体であれば試料処理量 (200 mg / 回) を、リサイクル分析法によって容易に分離できる事例がある。

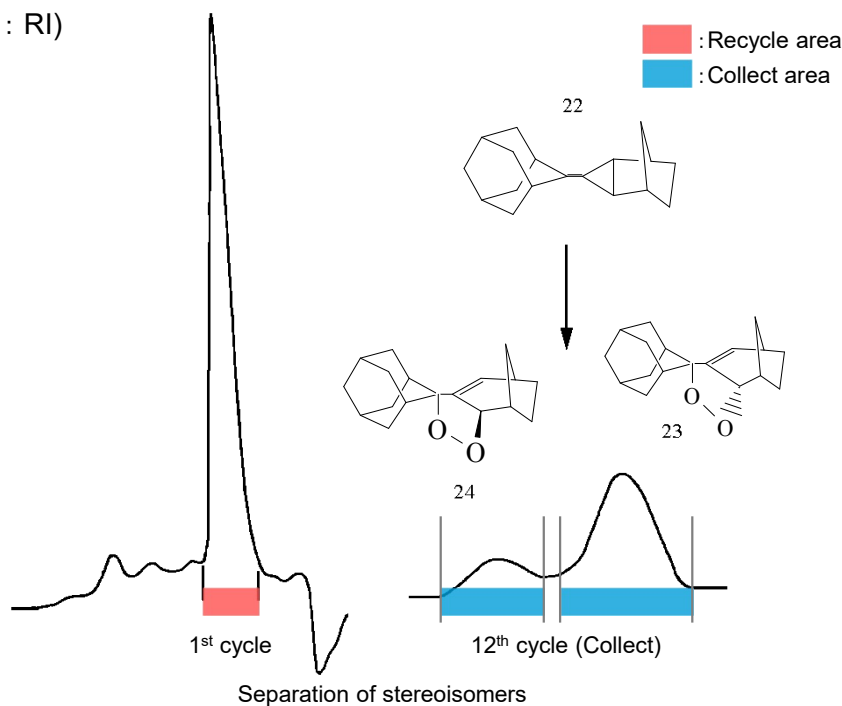
当社製リサイクル分取 HPLC をご愛用頂いている先生方の実試料の分離事例をご紹介します。

実験・結果

22 をメチレンブルー等 光増感剤の存在下で 400 nm 程度の可視光を照射しながら酸素を供給すると、光増感酸素酸化反応によって 23 及び 24 を生じる。23 と 24 の生成比は、その反応条件によってコントロールすることができる。

この endo 体、exo 体の単離精製に、GPC カラムを用いたリサイクル分析法による分離を試みた。

Instrument : LC-908 (Detector : RI)
Column : JAIGEL-1H + 2H
Mobile phase : Chloroform
Flow rate : 3.5 mL/min
Injection qty. : 200 mg



結論

12 回のリサイクルによって完全に分離することができたと報告されている。

References

Takeshi Akasaka and Wataru Ando, J. Am. Chem. Soc., Vol. 109, No. 4, pp 1260-1262 (1987)